

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 03-284658

(43)Date of publication of application : 16.12.1991

(51)Int.Cl.

C07C233/47
B01D 61/02
C07C231/24
C07C277/06
C07C279/14

(21)Application number : 02-081158

(71)Applicant : AJINOMOTO CO INC

(22)Date of filing : 30.03.1990

(72)Inventor : UENO ISAMU
KOIZUMI YOSHIO
IKEDA KOMAO**(54) METHOD FOR CONCENTRATING AND PURIFYING N-LONG-CHAIN ACYLAMINO ACID SALT BY MEMBRANE TREATMENT****(57)Abstract:**

PURPOSE: To remove very small amounts of malodorous substances and impurities such as inorganic salts and concentrate an N-long-chain acylamino acid salt solution by treating the above-mentioned solution with a loose reverse osmosis membrane.

CONSTITUTION: A solution of an N-long-chain acylamino acid salt in which an acyl groups, preferably an acyl group derived from an 8-22C, especially a 12-18C saturated or unsaturated fatty acid is introduced into amino groups of various amino acids is treated with a loose reverse osmosis membrane prepared so as to provide 10-99% rejection rate of NaCl and $\geq 95\%$, preferably $\geq 98\%$ rejection rate of the N-acylamino acid salt. Thereby, the aforementioned solution is desalted, deodorized and concentrated.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

THIS PAGE BLANK (USPTO)

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平3-284658

⑤ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成3年(1991)12月16日

C 07 C 233/47
B 01 D 61/02
C 07 C 231/24
277/06
279/14

5 0 0

7106-4H
8014-4D

7043-4H

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全4頁)

⑭ 発明の名称 膜処理によるN-長鎖アシルアミノ酸塩の濃縮及び精製法

⑯ 特 願 平2-81158

⑰ 出 願 平2(1990)3月30日

⑱ 発 明 者 上 野 勇 三重県四日市市大字日永1730番地 味の素株式会社東海工場内

⑱ 発 明 者 小 泉 吉 雄 三重県四日市市大字日永1730番地 味の素株式会社東海工場内

⑱ 発 明 者 池 田 駒 男 三重県四日市市大字日永1730番地 味の素株式会社東海工場内

⑲ 出 願 人 味の素株式会社 東京都中央区京橋1丁目15番1号

明 細 書

1. 発明の名称

膜処理によるN-長鎖アシルアミノ酸塩の濃縮及び精製法

2. 特許請求の範囲

ルーズな逆浸透膜により不純物を透過除去することとを特徴とするN-長鎖アシルアミノ酸塩の濃縮及び精製法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明はN-長鎖アシルアミノ酸塩の濃縮及び精製法に関し、その目的とするところはN-長鎖アシルアミノ酸塩溶液から、ルーズな逆浸透膜により臭気物質、無機塩等の不純物を除去、精製すると共にN-長鎖アシルアミノ酸塩を濃縮することにある。

N-長鎖アシルアミノ酸塩は界面活性作用、抗菌作用を有するため洗剤、分散剤、乳化剤、抗菌剤として香粧品分野等で各種の用途に利用されてい

る。

〔従来の技術及び問題点〕

当該N-長鎖アシルアミノ酸塩原料となるN-長鎖アシルアミノ酸は、例えば水と親水性有機溶剤との混合溶媒中アルカリの存在下に、アミノ酸と長鎖脂肪酸ハライドとを反応させることにより得ることができる。この反応液からN-長鎖アシルアミノ酸を単離・精製する方法としては、例えば該反応液に水を加えて希釈したものを鉱酸でPH1に調整した後、晶析工程に付してN-長鎖アシルアミノ酸を分離する方法(特公昭46-8685)、或は該反応液を、該親水性有機溶媒の沸点の温度でPH1~6に調整し、水と該N-長鎖アシルアミノ酸を含む有機層とを分層分離し、得られる有機層から溶媒を除去する方法(特公昭57-47902)が知られている。

しかしながら、上記晶析分離する方法ではN-長鎖アシルアミノ酸の結晶性が悪く、かつ分離性も悪いので、原料の長鎖脂肪酸ハライドや溶媒由来

の微量の臭気物質はこの分離では完全に除くことができず、N-長鎖アシルアミノ酸塩中に残存し、製品の臭いの原因となる。

又、上記二番目の分離分離する方法も有機層から溶媒を蒸留除去する工程で、原料の長鎖脂肪酸ハライドや溶媒に使用する親水性有機溶媒由来の臭気物質を完全に除くことができず、N-長鎖アシルアミノ酸塩中に残存し、製品の臭いの原因となる。

一方N-長鎖アシルアミノ酸塩水溶液の濃縮は臭い等の低沸点物質を除くのに有効であるが、通常これらN-長鎖アシルアミノ酸塩は強い発泡性を有しており濃縮するためには消泡剤を添加したり、消泡効果のあるアルコール類を加えたりせねばない。

N-長鎖アシルアミノ酸塩は化粧品用途に使用される場合が多く、残存する臭気物質の除去が望まれるが、未だ工業的に除く方法は確立されていない。

誘導されるアシル基で、例えばラウリン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸などの単一組成の脂肪酸によるアシル基の他に、ヤシ油脂肪酸、牛脂脂肪酸、硬化牛脂脂肪酸などの天然より得られる混合脂肪酸或は合成により得られる脂肪酸（分枝脂肪酸も含む）のアシル基でも良い。アミノ酸残基については、例えばグリシン、アラニン、フェニルアラニン、シスチン、システイン、セリン、プロリン、スレオニン、オルニチン、ロイシン、イソロイシン、プロリン、バリン、アスパラギン酸、グルタミン酸、 α -アミノアジピン酸、 α -アミノピメリン酸、システイン酸、ホモシステイン酸、2-アミノエイコサンジカルボン酸、及びこれらアミノ酸のN-メチル、N-エチル誘導体、N,N-ジメチルリジン、N,N-ジメチルオルニチン、アルギニン、アルギニンエチルエステルである。これらのアミノ酸又はその誘導体は、光学活性体或はラセミ体であることを問わない。塩類はアルカリ塩としては例えばナトリウム塩、カリウム塩、トリエチルアミン塩、トリ

〔本発明が解決しようとする問題点〕

N-長鎖アシルアミノ酸塩中の微量の臭気物質、無機塩等の不純物の簡便な除去、精製法を開発することにある。

〔問題点を解決するための手段〕

本発明者らは、かかる実情を鑑み、鋭意研究を行った結果、N-長鎖アシルアミノ酸塩溶液をルーズな逆浸透膜により処理することにより微量の臭気物質、無機塩等の不純物が除去でき、且つN-長鎖アシルアミノ酸塩溶液が濃縮できることを見だし、本発明を完成した。本発明はルーズな逆浸透膜により不純物を透過除去することを特徴とするN-長鎖アシルアミノ酸塩の濃縮及び精製法である。

本発明に使用できるN-長鎖アシルアミノ酸塩は、各種アミノ酸のアミノ基にアシル基を導入したアミノ酸誘導体で、長鎖アシル基としては界面活性作用効果という点で炭素数8~22、好ましくは炭素数12~18の飽和または不飽和脂肪酸より

エタノールアミン塩、ピリジン塩等の塩類が挙げられる。又酸塩としては塩酸塩、硫酸塩、モノメチル硫酸塩、ピロリドンカルボン酸塩等の塩類が挙げられる。本発明に用いるルーズな逆浸透膜としては酢酸セルロース系、ポリアミド系、ポリベンズイミダゾール系、ポリスルホン系などのものをNaClの阻止率が10~99%でかつN-アシルアミノ酸塩の阻止率が95%以上、好ましくは98%以上に調製されたものであり、膜の材質を問うものではない。ここに阻止率(%)は次の定義による。

$$\text{阻止率(\%)} = 1 - \frac{\text{透過液中の基質濃度}}{\text{非透過液中の基質濃度}} \times 100$$

ルーズな逆浸透膜に供するN-長鎖アシルアミノ酸塩溶液の濃度は1~50%好ましくは5~40%がよい。溶液中には膜耐用の範囲で有機溶剤、例えばアセトン、メタノール、エタノール、イソプロピルアルコール等が入っていても良く、これ

らの物質もルーズな逆浸透により透過液の法へ除かれるが、残存すると臭いの原因となるため前工程で或程度除いて膜への負荷を下げておいたほうが経済的である。

温度は5～95℃、好ましくは20～40℃である。但し、低温だとN-長鎖アシルアミノ酸塩析出の不都合が起こることがある。

圧力は5～100気圧がよい。

もっとも圧力、温度はともに膜の材質のこれらに対する耐用の範囲でなければならないことはもちろんである。

以下実施例により本発明を詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例によって限定されるものではない。

実施例1

N-ココイルグルタミン酸モノトリエタノール塩30wt%, アセトン20ppm, *メチルヒキイト* 20ppm, *ジ7ヒト777* 20ppm, *NaCl* 0.01wt%含有する水溶液50kgを水で2倍に希釈後、*NaCl*の阻止率50%でN-ココイルグ

回濃縮とし、濃縮を5回繰り返した。結果を表2に示す。表2から明白なようにルーズな逆浸透膜で脱塩、脱臭濃縮行なうことにより臭いの原因となるアセトン、*メチルヒキイト*、*ジ7ヒト777*や無機塩である*NaCl*が減少している。

実施例3

N-ココイルアルギニンエチルエステルモノビドリドンカルボン酸塩20wt%, エタノール30ppm, アセトン10ppm, *メチルヒキイト* 10ppm, *ジ7ヒト777* 10ppm, *NaCl* 0.01wt%, *Na₂SO₄* 0.01wt%含有する水溶液50kgを水で2倍に希釈後、*NaCl*の阻止率35%でN-ココイルアルギニンエチルエステルモノビドリドンカルボン酸塩の阻止率99.5%のルーズな逆浸透膜を用いて温度30℃、圧力40気圧、非透過液を元の原料液に循環混合しつつ行なう方法での逆浸透処理に付して脱塩、脱臭濃縮を行なった。2倍希釈液が原液の量になるまでの濃縮を1回濃縮とし、濃縮を5回繰り返した。結果を表3に示す。表3から明白なようにルーズな逆浸透膜で脱塩、脱臭濃縮

ルタミン酸モノトリエタノール塩の阻止率99.9%のルーズな逆浸透膜を用いて温度30℃、圧力40気圧、非透過液を元の原料液に循環混合しつつ行なう方法での逆浸透処理に付して脱塩、脱臭濃縮を行なった。2倍希釈液が原液の量になるまでの濃縮を1回濃縮とし、濃縮を繰り返した。結果を表1に示す。表1から明白なようにルーズな逆浸透膜で脱塩、脱臭濃縮行なうことにより臭いの原因となるアセトン、*メチルヒキイト*、*ジ7ヒト777*や無機塩である*NaCl*が減少している。

実施例2

N-ラウロイルグルタミン酸モノナトリウム塩20wt%, アセトン10ppm, *メチルヒキイト* 15ppm, *ジ7ヒト777* 15ppm, *NaCl* 0.01wt%含有する水溶液50kgを水で2倍に希釈後、*NaCl*の阻止率40%でN-ラウロイルグルタミン酸モノナトリウム塩の阻止率99.0%のルーズな逆浸透膜を用いて温度30℃、圧力40気圧、非透過液を元の原料液に循環混合しつつ行なう方法での逆浸透処理に付して脱塩、脱臭濃縮を行なった。2倍希釈液が原液の量になるまでの濃縮を1

行なうことにより臭いの原因となるエタノール、アセトン、*メチルヒキイト*、*ジ7ヒト777*や無機塩である*NaCl*、*Na₂SO₄*が減少している。

表1

濃縮回数	項 目	原 料 液		非 透 過 液		透 過 液	
2 回後	液 量	50×2=100kg		50kg		100kg	
	n-コイルグタミン酸モノリエタノール アセトン ジメチルオキサイト ジブチルアルコール NaCl	15.0% 8.2ppm 5.0ppm 6.1ppm 50ppm	15kg 0.82g 0.50g 0.61g 5.0g	29.8% 7.0ppm 6.0ppm 5.8ppm 44ppm	14.9kg 0.35g 0.30g 0.29g 2.2g	0.12% 4.7ppm 3.0ppm 3.2ppm 28ppm	0.12kg 0.47g 0.30g 0.32g 2.8g
4 回後	液 量	50×2=100kg		50kg		100kg	
	n-コイルグタミン酸モノリエタノール アセトン ジメチルオキサイト ジブチルアルコール NaCl	14.9% 3.5ppm 3.0ppm 2.9ppm 22ppm	14.9kg 0.35g 0.30g 0.29g 2.2g	29.6% 3.0ppm 3.6ppm 2.8ppm 20ppm	14.8kg 0.15g 0.18g 0.14g 1.0g	0.12% 2.0ppm 1.2ppm 1.5ppm 12ppm	0.12kg 0.20g 0.12g 0.15g 1.2g
6 回後	液 量	50×2=100kg		50kg		100kg	
	n-コイルグタミン酸モノリエタノール アセトン ジメチルオキサイト ジブチルアルコール NaCl	14.8% 1.5ppm 1.8ppm 1.4ppm 10ppm	14.8kg 0.15g 0.18g 0.14g 1.0g	29.2% 1.2ppm 2.2ppm 1.4ppm 9.2ppm	14.6kg 0.06g 0.11g 0.07g 0.46g	0.12% 0.9ppm 0.7ppm 0.7ppm 5.4ppm	0.12kg 0.09g 0.07g 0.07g 0.54g
8 回後	液 量	50×2=100kg		50kg		100kg	
	n-コイルグタミン酸モノリエタノール アセトン ジメチルオキサイト ジブチルアルコール NaCl	14.6% 0.6ppm 1.1ppm 0.7ppm 4.6ppm	14.6kg 0.06g 0.11g 0.07g 0.46g	29.0% 0.8ppm 1.4ppm 0.8ppm 4.2ppm	14.5kg 0.03g 0.07g 0.04g 0.21g	0.12% 0.3ppm 0.4ppm 0.3ppm 2.5ppm	0.12kg 0.03g 0.04g 0.03g 0.25g
10 回後	液 量	50×2=100kg		50kg		100kg	
	n-コイルグタミン酸モノリエタノール アセトン ジメチルオキサイト ジブチルアルコール NaCl	14.5% 0.3ppm 0.7ppm 0.4ppm 2.1ppm	14.5kg 0.03g 0.07g 0.04g 0.21g	28.8% 0.4ppm 1.0ppm 0.4ppm 2.0ppm	14.4kg 0.02g 0.05g 0.02g 0.10g	0.12% 0.1ppm 0.2ppm 0.2ppm 1.1ppm	0.12kg 0.01g 0.02g 0.02g 0.11g

表2

項 目	原 料 液	濃縮5回後
液 量	50kg	50kg
N-コイルグタミン酸モノリエタノール	20.0%	9kg
アセトン	10ppm	0.02g
ジメチルオキサイト	15ppm	0.04g
ジブチルアルコール	15ppm	0.03g
NaCl	100ppm	0.6g

表3

項 目	原 料 液	濃縮5回後
液 量	50kg	50kg
N-コイルグタミン酸モノリエタノール	30.0%	14.6kg
アセトン	30ppm	0.08g
ジメチルオキサイト	10ppm	0.02g
ジブチルアルコール	10ppm	0.03g
NaCl	100ppm	0.03g
Na2SO4	100ppm	0.6g